

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-60455

(P 2 0 0 0 - 6 0 4 5 5 A)

(43) 公開日 平成12年2月29日 (2000. 2. 29)

(51) Int. Cl. 7

識別記号

F I

テマコード (参考)

A23L 1/076

A23L 1/076

4B041

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平10-239642

(22) 出願日 平成10年8月26日 (1998. 8. 26)

(71) 出願人 591045471

アビ株式会社

岐阜県岐阜市加納桜田町1丁目1番地

(72) 発明者 金枝 純

岐阜市加納桜田町1丁目1番地 アビ 株  
式会社内

(72) 発明者 河合 政樹

岐阜市加納桜田町1丁目1番地 アビ 株  
式会社内

(74) 代理人 100068755

弁理士 恩田 博宣

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ローヤルゼリーエキス及びローヤルゼリーエキス含有製品の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 製造工程における沈澱の発生による弊害を防止し、ローヤルゼリー中の有効成分の損失を減らして品質を確保することができるうえ、製造後の沈澱の発生防止により、ローヤルゼリー及びローヤルゼリーエキス含有製品の品質を長期間に渡って安定に維持することができるローヤルゼリーエキス及びローヤルゼリーエキス含有製品の製造方法を提供する。

【解決手段】 ローヤルゼリーエキスは生ローヤルゼリー又は乾燥ローヤルゼリーに含水エタノールを添加した混合液から不溶解物を分離して得られるローヤルゼリー抽出溶液を-15～0℃に冷却し、さらにその温度を保持しながら分離操作を行って不溶解物を除去することによって製造される。ローヤルゼリーエキス含有製品はローヤルゼリーエキスを食品素材、医薬品素材又は化粧品素材に添加することによって製造される。

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 生ローヤルゼリー又は乾燥ローヤルゼリーに含水エタノールを添加して混合液を調製し、ローヤルゼリー中の可溶性成分を含水エタノール中に溶解させた後、不溶解物を分離して得られるローヤルゼリー抽出溶液を -15 ~ 0℃ に冷却し、その温度を保持しながら分離操作を行って不溶解物を除去するローヤルゼリーエキスの製造方法。

【請求項 2】 請求項 1 に記載のローヤルゼリーエキスの製造方法により製造されたローヤルゼリーエキスを食品素材、医薬品素材又は化粧品素材に添加するローヤルゼリーエキス含有製品の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 この発明は健康食品、医薬品又は化粧品の素材として有用なローヤルゼリーエキスの製造方法、及び健康食品、医薬品又は化粧品として有用なローヤルゼリーエキス含有製品の製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 ローヤルゼリーは羽化後 3 ~ 15 日の雌のミツバチが下咽頭腺及び大腮腺から分泌する分泌物を混合して作るゼリー状の物質で、ローヤルゼリーに特有のタンパク質及び脂質を豊富に含有し、様々な生理活性物質を含有することから健康食品、医薬品及び化粧品として広く利用されている天然素材である。ミツバチにとってのローヤルゼリーは、女王バチと生育中の幼虫にのみ与えられる特別食であり、女王バチにとっては多数の卵を産み続ける栄養源である。また、同じ卵から生まれた幼虫であっても、孵化後 2 ~ 3 日の若齢期間だけローヤルゼリーを与えられた幼虫は働きバチとなり、生育全期間を通してローヤルゼリーを与えられた幼虫は女王バチとなる。

【0003】 ローヤルゼリーは前述のようにミツバチにとって有用であるばかりでなく、人の健康生活にとっても有用な効能、効果があることは経験的に知られている。ローヤルゼリーの生理活性や薬理作用としては、抗菌作用、免疫増強作用、抗腫瘍作用、抗炎症作用、血流増加作用等が報告された多くの文献がある。また、制癌剤の副作用低減や放射線障害時の延命効果についても報告されている。

【0004】 ローヤルゼリーはこれらの効能効果を利用して健康食品としてばかりでなく、医薬品又は化粧品としても広く利用されている。ローヤルゼリーに特有な成分に対応する生理活性とそれらの応用分野は次の通りである。

【0005】 デセン酸等の炭素数が 10 の脂肪酸及びそのエステル類は、ローヤルゼリーに多量に存在する特有の脂質であり、脂腺肥大抑制作用による脂性肌改善の効

2

果、チロシナーゼ阻害活性による美白効果等があり、化粧品機能として有用な活性がある。この他に、これらの脂質には抗腫瘍作用、放射線障害軽減作用、延命作用、脱コレステロール作用、免疫賦活作用、糖尿病に有効なインスリン様作用、血圧上昇を抑制するアンジオテンシン変換酵素 (ACE) 阻害作用等がある。従って、ローヤルゼリー中の脂質は健康食品及び医薬品としても極めて有用な成分である。

【0006】 アピシン等の水溶性糖タンパク質は培養細胞賦活維持作用、免疫賦活作用等があるとともに、細胞の増殖に有用な成分である。また、幾つかの種類の水溶性ペプチドには、血圧上昇を抑制する ACE 阻害作用がある。このような生理活性から水溶性成分もまた健康食品、医薬品及び化粧品としても有用な成分と期待される。

【0007】 ローヤルゼリーを利用する形態としては、ミツバチに生産させたままのゼリー状の生ローヤルゼリー、凍結乾燥により粉末化した乾燥ローヤルゼリー、或いは含水エタノール等で抽出したローヤルゼリーエキス等がある。これらの形態のローヤルゼリーは、用途に合わせて、そのままの形状で製品化されたり、或いは他の副素材、増量剤、添加剤等と混合した後に錠剤、カプセル、軟膏、ドリンク等に加工されたりして利用されている。

【0008】 ローヤルゼリーエキスの製造方法としては、先ず生ローヤルゼリー又は乾燥ローヤルゼリーに数倍量のエタノール又は含水エタノールを添加して可溶性成分を溶出させた後に濾布、濾紙等で不溶解物を濾過するか、或いは遠心分離により分別除去する。そして、用途に応じて水及びエタノール濃度を調整し、必要により限外濾過膜 (UF 膜) 等で除菌濾過することによりローヤルゼリーエキスが透明な溶液として得られる。

【0009】 清涼飲料、健康ドリンク等液状のローヤルゼリーエキス製品の製造には溶液状のローヤルゼリーエキスがそのまま素材の 1 つとして処方、添加される。また、医薬品や健康食品等においては、錠剤状又はカプセル状のローヤルゼリーエキス含有製品が望まれることから、ローヤルゼリーエキス溶液を澱粉、デキストリン、乳糖等の粉末素材に吸収させて乾燥した後に粉末化してから他の素材と合わせて加工される。グリース状の化粧品等においては、液状又は粉末化ローヤルゼリーエキスのいずれの形態でも加工に使用することができる。

## 【0010】

【発明が解決しようとする課題】 ところが、ローヤルゼリーはミツバチが生産する天然素材であって、ミツバチ群の強弱、栄養源となる花粉の種類や量、季節、産地等の条件によって成分組成が変化する。例えば、代表的な脂質成分であるデセン酸含量では、これらの条件の差異によっておよそ 1.4 % ~ 2.8 % の範囲で変動し、タンパク質含量では 1.1 % ~ 1.5 % 程度の変動が見られ

る。このようなローヤルゼリー成分組成の変動は、ローヤルゼリーエキス及びローヤルゼリーエキス含有製品の物性や品質に影響を与えるばかりでなく、製造工程の安定性や容易性にも影響する。

【0011】ローヤルゼリーエキスの成分と物性との関係に影響を与える重要な要素は、水溶性成分とエタノール溶性成分とが共存することである。すなわち、デセン酸に代表される脂質成分及び多くのビタミン類は水溶性が低くてエタノール溶性が高いが、ローヤルゼリーエキス中に含有される水溶性タンパク質、ミネラル類及びアミノ酸類はいずれも水溶性が高くてエタノール溶性が低い。

【0012】ローヤルゼリーエキスの製造においては、ローヤルゼリー中の有効成分のうち、特に脂質成分をより多く抽出することが求められている。従って、不溶性の沈澱を形成させる水溶性タンパク質等を除去するために、高濃度のエタノールで抽出を行い、その後の用途に合わせて水で希釈した後に濾過するのが通常である。この希釈によるエタノール濃度の低下に伴って、脂質成分等が析出するとともに、一時的に溶解していた難水溶性タンパク質等が時間の経過とともに析出して沈澱となる。

【0013】ローヤルゼリーエキスの物性、品質としては、ローヤルゼリー中の様々な有用成分が原組成に近い状態で高濃度に含まれているとともに、その組成が安定していることが望まれる。従って、ローヤルゼリーエキス製造中の沈澱は、工程ロス、除菌濾過の障害の原因となるとともに、組成成分の不足や安定性低下等の品質低下の原因となる。また、ローヤルゼリーエキス製造後の沈澱は、ローヤルゼリーエキス含有製品の製造に当たっても工程ロス、除菌濾過の障害の原因となり、ローヤルゼリーエキス粉末化加工に際しては組成の不均質、有効成分の不足等の品質低下の原因ともなる。

【0014】さらに、原料のローヤルゼリーの組成がロット毎或いはロット内でも変動することから、前記従来の技術ではローヤルゼリーエキスの製造中及び製造後における沈澱発生防止条件をロット毎に的確に予測できなかった。従って、沈澱発生による濾過工程障害や工程ロスの発生を十分に防止できないうえ、ローヤルゼリーエキス及びローヤルゼリーエキス含有製品の品質低下が問題となっていた。

【0015】この発明は、上記のような従来技術に存在する問題点に着目してなされたものである。その目的とするところは、製造工程における沈澱の発生による弊害を防止し、ローヤルゼリー中の有効成分の損失を減らして品質を確保することができるローヤルゼリーエキス及びローヤルゼリーエキス含有製品の製造方法を提供することにある。その他の目的とするところは、製造後の沈澱の発生防止により、ローヤルゼリー及びローヤルゼリーエキス含有製品の品質を長期間に渡って安定に維持す

ることができるローヤルゼリーエキス及びローヤルゼリーエキス含有製品の製造方法を提供することにある。

【0016】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するために、請求項1に記載のローヤルゼリーエキスの製造方法は、生ローヤルゼリー又は乾燥ローヤルゼリーに含水エタノールを添加して混合液を調製し、ローヤルゼリー中の可溶性成分を含水エタノール中に溶解させた後、不溶解物を分離して得られるローヤルゼリー抽出溶液を－15～0℃に冷却し、その温度を保持しながら分離操作を行って不溶解物を除去するものである。

【0017】請求項2に記載のローヤルゼリーエキス含有製品の製造方法は、請求項1に記載のローヤルゼリーエキスの製造方法により製造されたローヤルゼリーエキスを食品素材、医薬品素材又は化粧品素材に添加するものである。

【0018】

【発明の実施の形態】以下、この発明を具体化した実施形態について詳細に説明する。ローヤルゼリーエキスは生ローヤルゼリー又は乾燥ローヤルゼリーを含水エタノールで抽出して得られる可溶性画分である。このローヤルゼリーエキスはデセン酸をはじめとするローヤルゼリーに特有な脂肪酸、そのエステルからなる脂質、ローヤルゼリーにのみ含有される特殊な水溶性タンパク質、アミノ酸、糖質、ミネラル等を含有している。また、ローヤルゼリーエキス含有製品は前記ローヤルゼリーエキスを添加することによって製造される健康食品、清涼飲料、医薬品、化粧品等である。

【0019】ローヤルゼリーエキスは生ローヤルゼリー又は乾燥ローヤルゼリーに含水エタノールを添加して混合液を調製し、ローヤルゼリー中の可溶性成分を含水エタノール中に溶解させた後、これを濾過（以下、常温濾過と記載する）して得られるローヤルゼリー抽出溶液を－15～0℃に冷却し、その温度を保持しながら濾過

（以下、冷却濾過と記載する）する操作を行って不溶解物を除去することにより製造される。また、前記の常温濾過又は冷却濾過の代わりに、その温度を保持しながら遠心分離して不溶解物を除去することも可能であり、この場合でもローヤルゼリーエキスの製造に関わる諸条件は濾過操作の場合と同様である。その他、前記ローヤルゼリー抽出溶液は、好ましくは濃縮した後に水で希釈し、エキス濃度及びエタノール濃度を調整したものとすることもできる。

【0020】冷却濾過操作を行うときのローヤルゼリー抽出溶液中のエタノール濃度は、ローヤルゼリーエキス又はローヤルゼリーエキス含有製品の規格等に合わせて設定されるのが好ましく、さらに所定の冷却温度で不溶解物が析出し、ローヤルゼリー抽出溶液がかすかに濁る程度の濃度に設定されるのがより好ましい。このローヤルゼリー抽出溶液中の不溶解物の生成が多い場合には有

効成分の回収率も低下することから、工程ロスを大きくする可能性が高い。逆に不溶解物の生成が全く起こらない場合にはローヤルゼリーに対するエタノール量が過剰であり、ローヤルゼリーエキス含有製品製造時の希釈等による沈澱発生の可能性が高くなるうえ、ローヤルゼリーエキス含有製品の処方や品質にも悪影響を与えるおそれがある。

【0021】また、冷却濾過操作を行うときのローヤルゼリー抽出溶液中のエタノール濃度は10～40容量%の範囲であると好ましく、15～30容量%の範囲であるとさらに好ましい。この濃度が10容量%未満の場合、ローヤルゼリー中のエタノール溶性成分を溶解する性質が不十分であることから、デセン酸等の有効成分を十分に抽出することができないうえ、雑菌に対する増殖抑制効果が低下する。逆に40容量%を越える場合、ローヤルゼリーエキス含有製品の規格に合わなくなるおそれがある。

【0022】ローヤルゼリー抽出溶液を冷却する際の液温は、その後の製造工程及び保存において予想される環境の最低温度よりも低い温度であると好ましく、前記最低温度よりも10～20℃低い温度であるとさらに好ましい。この液温はローヤルゼリーエキスの保存、使用温度によって-15～0℃の範囲から適宜選択されるが、冬季の保管や冷蔵保存の場合には-15℃に近い温度に冷却し、冬季以外の室温での保存や使用の場合には0℃に近い温度に冷却するのが好ましい。必要以上に低い温度まで冷却した場合、所望のエキス濃度に達しないことがあるうえ、有効成分の回収率が低下して経済的でなくなる。また、低い温度で冷却してもエタノール濃度を上昇させることによってエキス濃度を高めることができるが、この場合にはローヤルゼリーエキス含有製品のエタノール濃度の規格による制限が加えられることがある。

【0023】このローヤルゼリー抽出溶液の冷却は、ローヤルゼリー抽出溶液中で溶解されている成分の溶解度を低下させ、その温度で溶解されなくなった成分を不溶解物として析出させる。そして、析出した不溶解物は、その液温を維持しながら濾過されたり、或いは遠心分離されたりして取り除かれる。不溶解物が除去された後のローヤルゼリー抽出溶液中の成分は、その後の製造工程中及び保存中に液温が上昇した場合には溶解度が上昇するので、不溶解物として析出することはない。

【0024】所定の液温に冷却されてからのローヤルゼリー抽出溶液の冷却時間は、エキス濃度、エタノール濃度及びローヤルゼリー原料の組成によって、主として経験的に設定されるものであるが、好ましくは1～20時間、さらに好ましくは5～15時間である。この冷却時間が1時間未満の場合、ローヤルゼリー抽出溶液からの不溶解物の析出開始にかなりの時間を要することから、不溶解物を十分に析出させることができない。逆に20時間を越える場合、ローヤルゼリー抽出溶液からの不溶

解物析出は終了しているので、時間が浪費されるだけで雑菌等が混入する可能性が高まる。さらに、ローヤルゼリー抽出溶液からの不溶解物析出をより迅速に行うために、攪拌しながら冷却するのが好ましい。

【0025】ローヤルゼリーエキスの濃度はデセン酸濃度を指標とするのが慣例であり、ローヤルゼリーエキス含有製品への加工容易性及びローヤルゼリーエキスの安定性から、デセン酸濃度は0.1～5%（重量/容量）の範囲で調製されるのが好ましい。また、水で希釈して用いることを前提とする場合には、エキス濃度が高いと脂質が析出しやすくなることから、デセン酸濃度は0.2～2%の範囲であるのが好ましい。

【0026】ローヤルゼリー抽出溶液の冷却による不溶解物の生成は、冷却温度を高く設定すること、ローヤルゼリーエキス濃度を減らすこと、ローヤルゼリー抽出溶液中のエタノール濃度を上昇させることにより減少させることができる。従って、ローヤルゼリーエキスを製造する際には、前記の冷却温度、添加するローヤルゼリー量及びエタノール濃度を、製造後のローヤルゼリーエキス又はローヤルゼリーエキス含有製品の規格等に合わせ適宜選択して製造される。

【0027】ローヤルゼリーエキス含有製品は上記のように製造されたローヤルゼリーエキスを食品素材、医薬品素材又は化粧品素材に添加することによって製造される。このローヤルゼリーエキス含有製品は、液状のローヤルゼリーエキスをそのままの形状で添加したり、或いは副素材、増量剤、添加剤等と混合した後に錠剤、カプセル、軟膏、ドリンク等の所定の製品としたりすることによって製造される。

【0028】液状のローヤルゼリーエキス含有製品を製造する場合、製造工程の濾過障害及び工程ロスを解消するために、ローヤルゼリーエキス製造時の低温濾過工程におけるエキス濃度やエタノール濃度等を、ローヤルゼリーエキス含有製品の物性値又は規格に一致させて冷却するのが好ましい。一方、固体状のローヤルゼリーエキス含有製品を製造する場合、ローヤルゼリーエキスを粉末素材に吸収させてから乾燥し、その後に粉碎してローヤルゼリーエキス粉末とする。その後、錠剤、カプセル剤その他の固体状のローヤルゼリーエキス含有製品へと成形される。この固体状のローヤルゼリーエキス含有製品は、組成が均質であるローヤルゼリーエキス粉末を使用して成形されることから、均質性が高く高品質なものである。

【0029】次に、上記実施形態のローヤルゼリーエキス及びローヤルゼリーエキス含有製品の製造方法によって発揮される効果について説明する。

・ 実施形態のローヤルゼリーエキスの製造方法によれば、ローヤルゼリー抽出溶液の液温を-15～0℃に冷却することによって、ローヤルゼリーエキス及びローヤルゼリーエキス含有製品の製造及び保存中に不溶解物の

析出を抑えることができる。さらに、製造工程における沈澱の発生による弊害を防止し、ローヤルゼリー中の有効成分の損失を減らして品質を確保することができる。そのうえ、製造後の沈澱の発生防止によって、ローヤルゼリー及びローヤルゼリーエキス含有製品の品質を長期間に渡って安定に維持することができる。

- ・ 実施形態のローヤルゼリーエキスの製造方法によれば、冷却濾過操作を行うときのローヤルゼリー抽出溶液中のエタノール濃度をローヤルゼリーエキス含有製品等の規格に合わせて設定することによって、製品中での不溶解物の生成を防止し、長期間に渡って品質を安定に維持することができる。

- ・ 実施形態のローヤルゼリーエキスの製造方法によれば、冷却濾過操作を行うときのエタノール濃度を所定の冷却温度で不溶解物が析出し、液がかすかに濁る程度の濃度に設定することによって、ローヤルゼリー中の有効成分の回収率及びローヤルゼリーエキスの品質を高めることができる。さらに、ローヤルゼリーエキス含有製品製造時の希釈等による沈澱発生を抑制することができる。

- ・ 実施形態のローヤルゼリーエキスの製造方法によれば、冷却濾過操作を行うときのエタノール濃度を 1 0 ～ 4 0 容量% とすることによって、有効成分を十分に抽出することができるうえ、雑菌に対する増殖抑制効果を発揮させることができる。さらに、ローヤルゼリーエキス含有製品の規格に容易に合わせることができる。

- ・ 実施形態のローヤルゼリーエキスの製造方法によれば、製造工程及び保存において予想される環境の最低温度よりも 1 0 ～ 2 0 ℃ 低い温度に冷却することによって、有効成分の回収率をより一層向上させることができる。

- ・ 実施形態のローヤルゼリーエキスの製造方法によれば、ローヤルゼリーエキス中のデセン酸濃度を 0 . 1 ～ 5 % とすることによって、ローヤルゼリーエキスの安定性及びローヤルゼリーエキス含有製品への加工容易性を高めることができる。

- ・ 実施形態のローヤルゼリーエキスの製造方法によれば、ローヤルゼリーエキス中のデセン酸濃度を 0 . 2 ～ 2 % とすることによって、水で希釈して用いる場合の脂質の析出を抑制することができる。

- ・ 実施形態のローヤルゼリーエキス含有製品の製造方法によれば、ローヤルゼリーエキスを食品素材、医薬品素材又は化粧品素材に添加することによって、高品質の製品を容易に製造することができるとともに、ローヤルゼリーエキス含有製品の品質を均質とすることができ、長期間に渡って安定に維持することができる。

#### 【 0 0 3 0 】

【実施例】以下、実施例及び比較例を挙げて前記実施形態をさらに具体的に説明する。

（実施例 1）分析値が水分 6 6 . 0 容量%、デセン酸含

量 2 . 0 重量%、タンパク質含量 1 4 . 0 重量% の中国産の生ローヤルゼリー 1 0 k g に 9 0 容量% エタノール 4 0 リットルを添加して攪拌混合した。この混合液を濾過布をセットしたバスケット型遠心濾過機で遠心濾過したところ、デセン酸濃度が 0 . 4 3 % ( g / 1 0 0 m l 、以下同じ) でエタノール濃度が 7 6 . 5 容量% の濾液 3 8 . 5 リットルが得られた。

【 0 0 3 1 】この濾液を 7 . 5 リットルまで減圧濃縮し、得られた濃縮濾液 1 リットルに水を加えてデセン酸濃度を 1 . 6 0 % に調製したところ、液量が 1 . 3 8 リットル、エタノール濃度が 2 9 . 2 容量% の清澄透明な希釈液が得られた。この希釈液を - 1 3 ℃ に冷却し、攪拌しながら - 1 3 ± 1 ℃ を 1 5 時間保持したところ、冷却した希釈液にはかすかな濁りが見られた。この希釈液に珪藻土 5 0 g を添加して孔径 1 μ m の濾紙をセットした加圧濾過機により - 1 3 ℃ で濾過したところ、清澄透明なローヤルゼリーエキス 1 . 3 3 リットルが得られた。

【 0 0 3 2 】得られたローヤルゼリーエキスのデセン酸濃度は 1 . 5 8 % で、濾過工程におけるデセン酸収率は濃度収率で 9 8 . 5 % 、総量収率で 9 5 . 2 % であった。さらに、このローヤルゼリーエキスを 5 ℃ の冷蔵庫に 1 ヶ月保存したところ、沈澱を生ずることなく清澄透明性が保たれた。

（実施例 2）実施例 1 において減圧濃縮により得られた濃縮濾液 2 リットルに水を加えてデセン酸濃度を 1 . 8 0 % に調整して希釈した。希釈液は液量が 2 . 4 4 リットル、エタノール濃度が 3 1 . 8 容量% であり、清澄透明な溶液であった。

【 0 0 3 3 】この希釈液のうちの 1 リットルを 1 3 ℃ に冷却した後、攪拌しながら - 1 3 ± 1 ℃ の温度を 1 5 時間保持したところ、冷却した希釈液に濁りが発生した。この希釈液に珪藻土 5 0 g を添加して孔径 1 μ m の濾紙をセットした加圧濾過機で濾過したところ、清澄透明なローヤルゼリーエキス 0 . 9 2 リットルが得られた。得られたローヤルゼリーエキスのデセン酸濃度は 1 . 6 9 % で、濾過工程におけるデセン酸収率は濃度収率で 9 3 . 9 % 、総量収率で 8 6 . 4 % であった。さらに、このローヤルゼリーエキスを 5 ℃ の冷蔵庫に 1 ヶ月保存したところ、沈澱を生ずることなく清澄透明性が保たれた。

（比較例 1）実施例 2 においてデセン酸濃度を 1 . 8 0 % に調整した希釈液のうちの 1 リットルに珪藻土 5 0 g を添加して孔径 1 μ m の濾紙をセットした加圧濾過機により常温で濾過したところ、清澄透明なローヤルゼリーエキス 0 . 9 3 リットルが得られた。得られたローヤルゼリーエキスのデセン酸濃度は 1 . 7 8 % で、濾過工程におけるデセン酸収率は濃度収率で 9 8 . 9 % 、総量収率で 9 2 . 0 % であった。さらに、このローヤルゼリーエキスを 5 ℃ の冷蔵庫に 1 ヶ月保存したところ、著しい

白濁が発生した。

【0034】白濁したローヤルゼリーエキスを珪藻土50gを添加して孔径1 $\mu$ mの濾紙をセットした加圧濾過機により常温で濾過したところ、デセン酸濃度1.62%の清澄な濾液0.89リットルが得られた。この濾液の当初の希釈液からのデセン酸収率は濃度収率で90.0%、総量収率で80.1%となり、実施例2と比べて濃度収率で3.9%、総量収率で6.3%の減少となった。

(実施例3) デセン酸含量6.2重量%、タンパク質含量38.6重量%の乾燥ローヤルゼリー10kgに70容量%エタノール45リットルを添加して攪拌混合した。この混合液を懸垂した濾過布袋に注入して放置し、自然濾過を行って1次濾液を得た。この1次濾液を採取したあとの残渣に、さらに70容量%エタノール20リットルを添加して攪拌混合した後、この混合液を濾過布袋に再度注入して2次濾過を行った。2回の抽出、濾過を行った残渣中の残液を圧搾回収し、1次濾液及び2次濾液と合わせたところ、ローヤルゼリー抽出液61.0リットルが得られた。このローヤルゼリー抽出液のデセン酸濃度は0.94%で、エタノール濃度は62.5容量%であった。さらに、このローヤルゼリー抽出液30リットルに水を加えて全量を90リットルに希釈したところ、デセン酸濃度が0.319%でエタノール濃度が21.2容量%の希釈抽出液が得られた。

【0035】この希釈抽出液を-10℃に冷却し、攪拌しながら-10 $\pm$ 1℃を15時間保持したところ、冷却した希釈抽出液にはかすかな濁りが見られた。この希釈抽出液に珪藻土450gを添加して孔径1 $\mu$ mの濾紙をセットした加圧濾過機により濾過したところ、清澄透明なローヤルゼリーエキス88リットルが得られた。得られたローヤルゼリーエキスのデセン酸濃度は0.310%で、濾過工程におけるデセン酸収率は濃度収率で97.2%、総量収率で95.0%であった。さらに、このローヤルゼリーエキスを5℃の冷蔵庫に1ヶ月保存したところ、沈澱を生ずることなく清澄透明性が保たれた。

(実施例4) 分析値が水分65.6容量%、デセン酸含量2.1重量%、タンパク質含量14.0重量%の中国産の生ローヤルゼリー40kgに、90容量%エタノール120リットルを添加して攪拌混合した。この混合液を懸垂した濾過布袋に注入して放置し、自然濾過を行って1次濾液を得た。この1次濾液を採取したあとの残渣に、さらに90容量%エタノール60リットルを添加して攪拌混合し、濾過布袋に再度注入して2次濾過を行った。2回の抽出、濾過を行った残渣中の残液を圧搾回収し、1次濾液及び2次濾液と合わせたところ、ローヤルゼリー抽出液161.10リットルが得られた。このローヤルゼリー抽出液のデセン酸濃度は0.410%で、エタノール濃度は60.5容量%であった。さら

に、このローヤルゼリー抽出溶液のうち30リットルを19.8リットルまで減圧濃縮し、エタノール濃度を減少させた。この19.8リットルの濃縮液に水を加えて全量を40リットルに希釈したところ、デセン酸濃度が0.305%でエタノール濃度が16.5容量%の希釈液が得られた。

【0036】この希釈液を-11℃に冷却し、攪拌しながら-11 $\pm$ 1℃を15時間保持したところ、冷却した希釈液にはかすかな濁りが見られた。この希釈液に珪藻土4150gを添加して孔径1 $\mu$ mの濾紙をセットした加圧濾過機により濾過したところ、清澄透明なローヤルゼリーエキス39.2リットルが得られた。得られたローヤルゼリーエキスのデセン酸濃度は0.300%で、濾過工程におけるデセン酸収率は濃度収率で98.4%、総量収率で96.4%であった。さらに、このローヤルゼリーエキスを5℃の冷蔵庫に1ヶ月保存したところ、沈澱を生ずることなく清澄透明性が保たれた。

(実施例5) 精製水5リットルにパラオキシ安息香酸エステル3gを溶解した水溶液に95容量%エタノールを1リットル添加し、さらに実施例4で得られたローヤルゼリーエキス500mlを添加した。これを攪拌しながら、トリポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸40gと70%ソルビトール300gを添加した。さらに、クエン酸2g、クエン酸ナトリウム3g及び少量の香料を加えて均一に溶解した。この溶解液を孔径0.45 $\mu$ mの限界濾過膜により濾過したところ、脂性肌改善効果のある化粧水が製造された。

【0037】この化粧水はローヤルゼリーの有効成分をバランスよく含有しており、製造中に沈澱や濁りを生ずることもなく限界濾過工程に障害を起こすこともなかった。

(実施例6) 精製水5リットルに精製蜂蜜2.5kg、濃縮レモン果汁500g、クエン酸50g、ビタミンC10g及び香料10gを添加して攪拌混合した。この混合液を攪拌しながら、実施例1で得られたデセン酸濃度1.58%のローヤルゼリーエキス112mlを徐々に添加し、最終的に精製水で10リットルとした。さらに、この混合溶液を-5 $\pm$ 1℃に冷却して15時間保持した後、孔径5 $\mu$ mの濾紙をセットした加圧濾過機により1次濾過を行い、続いて孔径1 $\mu$ mの限界濾過膜を用いて、冷却温度を保持しながら濾過した。濾液をドリンク瓶に100mlずつ分注し、密栓した後75℃で20分間加熱殺菌した後、冷却したところ、ローヤルゼリーエキス入りの清涼飲料ドリンクが製造された。

【0038】このドリンクは1本(100ml)当たり16.6mgのデセン酸を含有することから、1本当たり約1000mgの生ローヤルゼリーに相当するローヤルゼリーエキス飲料である。また、このローヤルゼリーエキス及びドリンクの製造工程において、ローヤルゼリーエキス液及びドリンク液に沈澱や濁りの発生は認めら

れず、限界濾過工程での障害も見られなかった。さらに、製造されたドリンクを1ヶ月間5℃の冷蔵庫に保管したところ、沈澱及び濁りの発生は認められなかった。

(実施例7) 食品素材である粉末乳糖10kgに、実施例1で調製したローヤルゼリーエキス1000mlを均一に添加した後、湿式造粒法によりローヤルゼリーエキス含有顆粒を調製し、さらに滑沢剤としてショ糖脂肪酸エステル微粉末30gを添加した。その後、この顆粒を小型打錠機によって1錠300mgの三角錠剤に打錠成形した。

【0039】この三角錠のデセン酸含量を分析したところ平均0.160重量%であり、1錠当たりのデセン酸量は約30mgの生ローヤルゼリーに相当する。なお、1錠毎のデセン酸含量の分析値は±0.005%の範囲内に収まっており、分析誤差の範囲内である。

【0040】次に、前記実施形態から把握できる技術的思想について以下に記載する。

・ 前記ローヤルゼリー抽出溶液中のエタノール濃度は、冷却されたローヤルゼリー抽出溶液がかすかに濁る程度の濃度である請求項1に記載のローヤルゼリーエキスの製造方法。

【0041】このように構成した場合、ローヤルゼリー中の有効成分の回収率を高めるとともに、ローヤルゼリーエキスの品質を向上させることができる。

・ 前記ローヤルゼリー抽出溶液中のエタノール濃度は、10～40容量%である請求項1に記載のローヤルゼリーエキスの製造方法。

【0042】このように構成した場合、ローヤルゼリー中の有効成分の回収率を高めるとともに、雑菌に対する増殖抑制効果を発揮させることができる。

・ 請求項1に記載のローヤルゼリーエキスの製造方法により製造されたローヤルゼリーエキスを食品素材、医薬品素材又は化粧品素材に添加した後、-15～0℃に

冷却し、その温度を保持しながら濾過する操作を行って不溶解物を除去するローヤルゼリーエキス含有製品の製造方法。

【0043】このように構成した場合、製品製造後の沈澱の発生防止により、ローヤルゼリーエキス含有製品の品質をさらに長期間に渡って安定に維持することができる。

・ 請求項1に記載のローヤルゼリーエキスの製造方法により製造されたローヤルゼリーエキスを粉末状の食品素材又は医薬品素材に均一に添加し、ローヤルゼリーエキス含有顆粒を調製した後、この顆粒を打錠成形するローヤルゼリーエキス含有製品の製造方法。

【0044】このように構成した場合、ローヤルゼリーエキスの安定性及び均一性が高いことから、ローヤルゼリーエキス含有製品の製造工程においてもその安定性及び均一性が維持され、高品質のローヤルゼリーエキス含有製品を容易に製造することができる。

【0045】

【発明の効果】この発明は、以上のように構成されているため、次のような効果を奏する。請求項1に記載のローヤルゼリーエキスの製造方法によれば、製造工程における沈澱の発生による弊害を防止し、ローヤルゼリー中の有効成分の損失を減らして品質を確保することができるうえ、製造後の沈澱の発生防止により、ローヤルゼリーエキスの品質を長期間に渡って安定に維持することができる。

【0046】請求項2に記載のローヤルゼリーエキス含有製品の製造方法によれば、製造工程における沈澱の発生による弊害を防止し、ローヤルゼリー中の有効成分の損失を減らして品質を確保することができるうえ、製造後の沈澱の発生防止により、ローヤルゼリーエキス含有製品の品質を均質とすることができ、長期間に渡って安定に維持することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 林 祥裕

岐阜市加納桜田町1丁目1番地 アピ 株式会社内

Fターム(参考) 4B041 LD06 LK07 LK40 LP16

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-060455

(43)Date of publication of application : 29.02.2000

AD

(51)Int.Cl.

A23L 1/076

(21)Application number : 10-239642

(71)Applicant : API CO LTD

(22)Date of filing : 26.08.1998

(72)Inventor : KANAE JUN

KAWAI MASAKI

HAYASHI YOSHIHIRO

## (54) PRODUCTION OF ROYAL JELLY EXTRACT AND PRODUCT CONTAINING ROYAL JELLY EXTRACT

### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing a royal jelly extract and a product containing the royal jelly extract by which the damage by the generation of precipitation in the producing process is prevented, the quality is secured by decreasing the loss of an active ingredient in the royal jelly and preventing the generation of the precipitation after the production, and the quality of the royal jelly and the product containing the royal jelly extract is kept stable for a long time.

SOLUTION: This royal jelly extract is obtained by cooling the royal jelly extracted solution obtained by separating undissolved material from the mixed liquid obtained by adding a hydrated ethanol to a raw royal jelly or a dried royal jelly, to  $(-15)-0^{\circ}$  C, subjecting the cooled product to a separation operation to remove the undissolved material while keeping the temperature. The product containing the royal jelly extract is produced by adding the royal jelly extract to a food material, a pharmaceutical material or a cosmetic material.

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office